

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/RU2005/000022

International filing date: 21 January 2005 (21.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: RU
Number: 2004101725
Filing date: 23 January 2004 (23.01.2004)


Date of receipt at the International Bureau: 27 November 2007 (27.11.2007)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

РОСПАТЕНТ

Федеральное государственное учреждение
 «Федеральный институт
 промышленной собственности
 Федеральной службы по интеллектуальной
 собственности, патентам и товарным знакам»
 (ФГУ ФИПС)

Бережковская наб., 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП-5, 123995
 Телефон (8-499) 240-60-15. . Факс (8-495) 234- 30-58

Наш № 20/12-785

«5» октября 2007 г.

СПРАВКА

Федеральное государственное учреждение «Федеральный институт промышленной собственности Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам» настоящим удостоверяет, что приложенные материалы являются точным воспроизведением описания изобретения, формулы изобретения, реферата и чертежей (если имеются) первой (приоритетной) заявки № 2004101725 на выдачу патента на изобретение, поданной 23 января 2004 года (23.01.2004).

При последующей подаче заявки в патентные ведомства государств - участников Парижской конвенции по охране промышленной собственности номер Вашей первой (приоритетной) заявки следует представлять с двубуквенным кодом страны приоритета в соответствии со Стандартом ВОИС ST.3 (для Российской Федерации – RU), располагаемым без пробела перед номером заявки: **RU2004101725**.

Название изобретения:

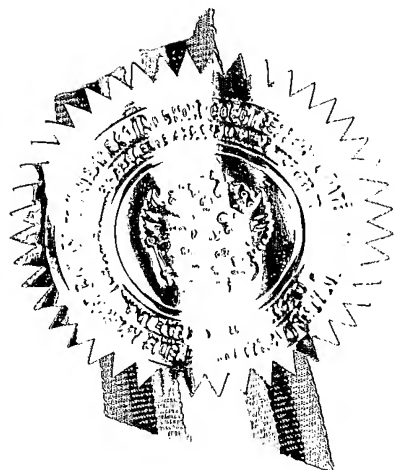
Способ получения полисиликатного связующего для клеев и покрытий, полисиликатное связующее, клеевая композиция для клеев и покрытий на его основе

Заявитель:

Закрытое акционерное общество «Техно-ТМ»

Автор(ы):

ЮШКО Иван Яковлевич



Заведующий отделом

формальной экспертизы *Апарина*

Т.В.Апарина

Способ получения полисиликатного связующего для клеев и покрытий,
полисиликатное связующее, клеевая композиция для клеев и покрытий на его основе

МПК 7 C09J 1/02, C09D 1/02

Изобретение относится к химической промышленности, конкретно касается получения полисиликатного связующего, а также клеевых композиций и композиций для получения защитно-декоративных покрытий и может быть использована в промышленности и быту, в частности при приклеивании плитки керамической или из природного камня или иных облицовочных материалов к бетонным и оштукатуренным поверхностям стен, потолков, пола, при внутренней и наружной отделке жилья и общественных зданий, а также для декоративной отделки и защиты от коррозии различных поверхностей.

Из SU 331 080, 07.03.1972 известен способ получения силикатного связующего для клея путем разварки силикат-глыбы в присутствии 0,95-2,0 вес. ч на 100 вес. ч силикат-глыбы высокодисперсной двуокиси кремния (аэросила) под давлением порядка 2,5 – 4,0 атм. при 120-150С в течение 3-16 ч. Данный известный способ является одним из способов получения жидкого стекла, являющегося основой (связующим) клеев и покрытий.

Полученное данным способом жидкое стекло имеет плотность 1,43-1,45 уд.в (после упаривания), хорошо склеивает поверхности из древесины, керамики, стекла, однако, при отверждении имеет низкую водостойкость.

Из SU 1092939, 20.10.1995 известно силикатное связующее и клеевая композиция, полученные путем последовательного совмещения (смешения) сначала едкого натрия, гидроокиси алюминия, а затем смешения полученной смеси с силикатом натрия и каолином и добавления смеси кизельгура, двуокиси титана при соотношении исходных компонентов в мас. %:

Силикат натрия	- 19 – 28
Гидроокись алюминия	- 10 – 14
Едкий натрий	- 7 – 12
Каолин	- 25 – 29
Двуокись титана	- 2 - 5
Кизельгур	- 1 - 3
Вода	- 18 – 27

Данное связующее клеевое используется в основном для изготовления нагревательных элементов высокотемпературных печей и установок высокого

давления путем добавления в него окиси алюминия с последующей сушкой отформованных нагревателей при 250С 6 ч.

Из SU 942417, 27.01.1996 известно силикатное связующее и клеевая композиция, полученные последовательным совмещением при перемешивании сначала едкого натра с гидроокисью алюминия и перлитом, а затем введения в нее силиката натрия и каолина. Полученное клеевое связующее используется для склеивания деталей из металлов, керамики, стекла, но в основном для склеивания магнитомягких материалов. Известное клеевое связующее обеспечивает повышенную адгезию к магнитомягким материалам только при отверждении при повышенной температуре порядка 300С, что ограничивает область его использования.

Известны многочисленные клеевые композиции и композиции для покрытий на основе жидкого стекла (силикатов натрия или калия), содержащие различные наполнители и другие целевые добавки, используемые для приклеивания деталей из металлов, керамики, стекла (А.П. Петрова «Термостойкие клеи, М., Химия, 1977, с.160-161)

Так, из RU 2131447, 10.06.1999 известна клеевая композиция, включающая жидкое натриевое стекло 38-42 мас. % в качестве связующего, наполнитель – мраморную муку 34-36 мас. %, сернистый натрий 2 мас. % и тальк – остальное. Данная клеевая композиция склеивает широкий ассортимент материалов, например, металл, дерево, керамическая плитка, силикатное стекло, линолеум.

Данная клеевая композиция с использованием жидкого стекла в качестве связующего обладает рядом существенных недостатков:

- низкая водостойкость, т.к. при отверждении натриевого жидкого стекла образуются водорастворимые соединения;
- низкая стабильность вязкотекучих и клеящих свойств при хранении. Это обусловлено применением в составе композиции сернистого натрия, который при длительном хранении клеевой композиции в условиях колеблющихся температур вызывает инициирование процесса кристаллизации, в результате которого возрастает вязкость композиции, а также происходит ее расслоение на жидкую (жидкое стекло) и твердую (мраморная мука) фазы. Это обстоятельство приводит к нарушению воспроизводимости прочностных свойств клеевого шва.

Из известного уровня техники известно улучшение клеевых и других физико-химических и физико-механических свойств силикатного связующего путем варьирования введения различных целевых добавок в клеевое силикатное связующее при его приготовлении и в композицию на его основе.

Так из SU 1156809, 23.05.1985 известна композиция, включающая жидкое стекло, в основном натриевое с силикатным модулем 2,6 – 3,0 и плотностью 1470-1500 кг/м³,

кремнегель (отход производства суперфосфата, содержащий 5-6 мас. % окиси алюминия, 0,7 – 0,8 мас. % окиси железа, 2 – 3 мас. % фтористого алюминия, диоксида кремния – остальное), неорганический пигмент (окись свинца или двуокись титана) и поверхностную добавку из группы, включающей алюминиевую пудру, высокодисперсный углерод, бентонит, асбест. Введение кремнегеля способствует предотвращению растрескивания пленки и сокращению продолжительности отверждения состава, однако образующаяся пленка не обладает водостойкостью и смывается водой в течение 30 сек. Данный состав в основном используют для восстановления герметичности пористых отливок из черных и цветных металлов.

Из SU 1422641, 10.01.1996 известен другой состав, включающий жидкое натриевое стекло с плотностью 1,25-1,28 г/см³ – 25,0-30,0 мас. %, аэросил – 0,1-1,0 мас. %, карбоксиметилцеллюлозу 0,5-1,5 мас. % и цинковый порошок 67,5-74,4 мас. %. Известный состав предназначен для получения антикоррозионного покрытия при защите различных металлоконструкций и относится к так называемым цинкопротекторным покрытиям. Состав отверждается длительно (в течение 7 суток) после обработки нанесенного состава отвердителем раствором хлористого кальция.

Известно улучшение водостойкости и атмосферостойкости пленки, сформированной из состава на основе силикатного связующего (жидкого стекла) с модулем 2,8 и удельным весом 1,18-1,2 г/см³, путем введения в него алюмосиликата – перлита и олигометилгидридсилоксана марки ГЖ-94М и свинцового гнета при следующем соотношении компонентов в мас. %:

Жидкое натриевое стекло	- 100,0
Свинцовый гнет	- 0,5 – 1,5
Перлит	- 80 – 100
Олигометилгидридсилоксан	- 2 – 3

(SU 1773923 A1, 07.11.1992)

Состав готовят путем последовательного смешения компонентов: сначала смешивают перлит со свинцовым гнетом, далее смесь затворяют жидким стеклом и добавляют гидрофобизирующую кремнийорганическую жидкость ГЖ-94М. Состав при нанесении имеет хорошую адгезию к бетону и образует достаточно водостойкое покрытие, но не используется в качестве клея и основные его высокие физико-механические свойства обеспечиваются за счет использования большого количества перлита (алюмосиликата) и кремнийорганической жидкости.

Известна клеевая композиция ЕР 0041212, 09.12.1981, включающая водный раствор силиката натрия с массовым соотношением SiO₂/Na₂O (массовый модуль) 2,6–3,9:1 и/или водный раствор силиката калия с массовым соотношением SiO₂/K₂O (массовый модуль) 2-2,6:1, а также 25-50 вес. % тонкодисперсного (от 1 до 45 мкм) кристаллического карбоната кальция в форме метаморфического кальцита, 2-10 вес.

% кварцевой муки с размером частиц до 15 мкм и развитой удельной поверхностью, по меньшей мере равной $3,5 \text{ м}^2/\text{г}$. Дополнительно клеевая композиция содержит до 24 вес. % 50% стабильной водной дисперсии органического полимера, выбранного из ряда акрилат, стиролакрилат и/или стиролбутадиен. Для улучшения водостойкости в эту клеевую композицию добавляют до 2 вес. % гидроокиси лития.

Данная клеевая композиция в основном используется в промышленности для склеивания плиток из минерального волокна и имеет ряд существенных недостатков:

- низкая прочность клеевого соединения (на уровне 0,5-0,6 МПа);
- низкая жизнеспособность и стабильность свойств при хранении. Карбонат кальция в среде водных растворов силикатов натрия и/или калия проявляет высокую реакционную способность, что приводит к загустеванию и последующему отверждению клеевой композиции. Все это нарушает стабильность вязкотекучих и клеящих свойств в течение короткого времени после изготовления клеевой композиции, а следовательно, затрудняет ее использование при длительном хранении;
- токсичность компонентов клеевой композиции. Это объясняется тем, что в органических полимерных дисперсиях (акриловых, стирольных, стиролакрилатных, бутадиеновых) содержатся остатки мономеров (1-2%) и катализаторов синтеза (0,1%), стабилизаторы (0,5%), органические растворители (2-5%);
- низкая теплостойкость. Это обусловлено тем, что уже при температурах 300-400 карбонат кальция разлагается с выделением окиси кальция и двуокиси углерода, что приводит к разрушению клеевого соединения.

Многих этих недостатков лишены известные клеевые композиции, описанные в US 3721574, 06.08.1968 и RU 2205851, 10.06.03.

В US 3721574 описана композиция, предназначенная для получения клеевых покрытий, высыхающих на воздухе и обладающих повышенной водостойкостью, химстойкостью, коррозионной стойкостью за счет использования в качестве силикатного связующего, связующего состоящего из комбинации водного раствора силиката щелочного металла (лития, натрия или калия) и коллоидного диоксида кремния в форме водной дисперсии силикатной соли, в основном соли алюминия или в виде раствора метакремниевой кислоты, что обеспечивает достижение определенного pH-ого ($\text{pH} = 10-11$) и отношения $\text{SiO}_2 : \text{Me}_2\text{O}$ в конечном связующем (от 5:1 до 6,5:1). С целью улучшения тех или иных свойств пленок покрытий на основе этого связующего в композицию вводят различные целевые добавки, например, политетрафторэтилен (для химстойкости), порошок цинка — для получения коррозионностойких покрытий, для повышения гидрофобности вводят различные органосиланы (дифункциональные и трифункциональные), например,

диметилдиметоксисилан, арилалкоксисиланы и другие. Для приготовления связующего используют силикат щелочного металла с силикатным модулем 3,5-4,0.

В RU 2205851 описана клеевая композиция, которая содержит в качестве связующего продукт взаимодействия водного раствора силиката калия и безводного гидроксида лития в смеси с двух- или трехатомным спиртом или их смесью, волластонитом, тальком и неорганическим пигментом, при этом исходный силикат калия используют с плотностью 1,30-1,37 г/см³, с молярным силикатным модулем 3,4-3,7, исходный волластонит — с размером частиц 150 мкм и менее и соотношением длины к диаметру, равным 5-3:1, при следующем соотношении исходных компонентов, мас. %:

Вышеуказанный волластонит	- 38,0 - 45,0
Тальк	- 8,0 - 12,0
Безводный гидрооксид лития	- 1,0 - 1,5
Двух-, трехатомный спирт или их смесь	- 3,0 - 5,0
Неорганический пигмент	- 3,0 - 5,0
Вышеуказанный раствор силиката калия	- остальное

Таким образом, силикатное связующее в этой известной композиции представляет собой комплексный продукт взаимодействия водного раствора силиката калия с безводным гидрооксидом лития в смеси с входящими в нее компонентами.

Готовят связующее и композицию следующим образом. На первой стадии в водный раствор силиката калия вводят порциями безводный гидрооксид лития. Перемешивание каждой порции проводят до полного растворения (исчезновения) частиц гидроксида лития и получают продукт взаимодействия, в который порциями вводят двух- или трехатомный спирт или их смесь (например, этиленгликоль, глицерин) и получают смесь продукта первой стадии со спиртами. Затем в эту смесь последовательно порциями вводят одновременно порцию волластонита и порцию талька и проводят перемешивание до получения однородного (гомогенного) продукта. На последней стадии вводят неорганический пигмент. Клеевую композицию разливают и хранят в герметичных упаковках.

Эта известная клеевая композиция позволяет существенно расширить диапазон склеиваемых материалов, например, бетон, керамика, дерево (дуб, бук, хвойные породы), мрамор, сталь, стекло, а также их различные комбинации с образованием прочного и водостойкого клеевого шва, однако она обладает рядом существенных недостатков:

- ограниченная водостойкость, т.к. связующее содержит двух-, трехатомный спирт или их смесь, которая хорошо растворима при длительных воздействиях воды;

- низкий уровень прочности (не более 0,87 МПа клеевого соединения к некоторым видам поверхности (дерево, стекло, сталь);
- низкая стабильность при длительном хранении за счет седиментации наполнителей, которая приводит к расслоению на жидкую и твердую фазу, что в свою очередь приводит к нарушению воспроизводимости прочностных свойств клеевого соединения;
- низкая термическая стабильность из-за летучести и разложения при 300-400°C, применяемых в связующем органических спиртов.

Практическое использование данной клеевой композиции весьма ограничено из-за использования в качестве связующего только силиката калия, который в 3-4 раза дороже соответствующего силиката натрия, а также из-за применения специфического волластонита со строго регламентированным размером частиц 150 мкм и соотношением длины к диаметру 5 – 3:1.

Таким образом, задачей заявленного изобретения является получение полисиликатного связующего, клеевой композиции для клеев и покрытий на его основе, обеспечивающих в комплексе:

- повышенную прочность клеевого соединения, в том числе и при длительном воздействии воды;
- повышенную жизнеспособность и стабильность при хранении;
- экологическую чистоту;
- повышенную термостойкость;
- повышенную огнестойкость.

Комплекс этих свойств позволяет расширить использование широкого ассортимента склеиваемых материалов и при этом сохранять высокую водостойкость клеевого соединения, а также обеспечить получение покрытий (защитно-декоративных) на различных поверхностях.

Поставленная техническая задача достигается тем, что полисиликатное связующее для клеев и покрытий получают путем совмещения при перемешивании водного раствора силиката натрия и/или калия с силикатным модулем 2,6-3,7 и плотностью 1,30-1,46 г/см³ с 0,5-3,0 мас. % гидроксида лития в расчете на связующее и последующего введения в продукт взаимодействия при увеличении степени перемешивания аморфного кремнезема с удельной поверхностью 175-380 м²/г, взятых в количестве 0,2-2,0 мас. % в расчете на связующее.

При получении полисиликатного связующего на стадии введения аморфного кремнезема одновременно с ним вводят кремнийорганическое соединение.

Сопоставительный анализ предлагаемого полисиликатного связующего с ближайшими аналогами выявил, что неизвестна последовательность операций и их режима и совместное их использование в качестве компонентов силикатного

связующего на основе водных растворов силикатов щелочных металлов натрия и/или калия, гидрооксида лития и аморфного диоксида кремния.

Необходимым условием получения полисиликатной структуры связующего, представляющей собой трехмерную структуру, состоящей из частиц диоксида кремния, является совмещение при перемешивании компонентов и получение стабилизированного гидроокисью лития продукта его взаимодействия с водным раствором силиката натрия и/или калия. Гидрооксид лития, диссоциирующий в водной среде на ионы Li^+ и OH^- , приводит к смещению равновесия, существующего в системе между полимерными ионами, в сторону образования устойчивых низкотемпературных форм $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv + \text{OH}^- \rightarrow \text{SiOH} + \equiv \text{SiO}^-$.

Наличие на поверхности частицы аморфного диоксида кремния силанольных групп (в среднем на каждые 100\AA^2 поверхности приходится 3SiOH группы Aerosil Manufacture, Properties and Applications, Degussa, Frankfurt on Main, West Germany) способствует образованию между ними и группами стабилизированного силиката натрия и/или калия водородных связей объемной структуры. Наличие такой структуры полисиликатного связующего является определяющей при формировании свойств связующего и клеевых композиций на его основе.

Другим аспектом изобретения является также клеевая композиция для получения клеев и покрытий, состоящая с вышеописанным способом получения полисиликатного связующего группу изобретений.

Клеевая композиция для клеев и покрытий по изобретению содержит полисиликатное связующее, полученное одним из описанных способов по изобретению, неорганический наполнитель и при необходимости неорганический пигмент при следующем соотношении компонентов в мас. %:

- | | |
|--|---------|
| - Полисиликатное связующее на основе силиката натрия и/или калия, гидрооксида лития и аморфного диоксида кремния | - 25-49 |
| - неорганический наполнитель | - 51-75 |

Итак, при осуществлении заявленной группы изобретений, касающейся полисиликатного связующего для клеев и покрытий, способа его получения и клеевой композиции, используемой для получения клеев и покрытий, используют силикат натрия или калия с силикатным модулем (отношение SiO_2 к Me_2O) 2,6-3,7 и плотностью $1,30-1,46 \text{ г/см}^3$, аморфный диоксид кремния удельной поверхностью $175-380 \text{ м}^2/\text{г}$ и гидрооксид лития. В качестве кремнийорганического соединения при получении полисиликатного связующего используют кремнийорганические жидкости, представляющие собой органосилоксановые олигомеры и полимеры невысокой молекулярной массы ($2 \cdot 10^2 - 2 \cdot 10^5$) преимущественно линейной структуры. Наиболее

эффективными являются гидрофобизирующие кремнийорганические жидкости на водной основе марок «Силоксил» (ТУ-2229-001-23067343-95), «Аквасил» (ТУ-6-02-1-824-97, а также ГСК-1 и ГСК-2 (ТУ-6405-9501.001-93).

В качестве неорганических наполнителей выбирают

- пассивные (по отношению к связующему) компоненты такие как: слюда, титановые белила, кобальтовые и кадмиевые окисные пигменты, полевой и тяжелый шпат, бой кирпича. Эти компоненты не посылают своих ионов в раствор силиката натрия и/или калия и не оказывают влияния на свойства клеевых композиций;
- компоненты пониженной активности: мел, мраморная мука, тальк, волластонит, окись хрома, двуокись марганца, сурик железный, окись алюминия, кварцевый песок или мука, алюмосиликатные породы;
- компоненты активные: окись цинка, карбонаты магния, доломит, мука из битого стекла, бронзовые, алюминиевые и цинковые

Выбор конкретных наполнителей и их массового содержания определяют исходя из функциональной, экологической целесообразности и технологических возможностей.

Ниже приводится описание сущности заявленной группы изобретения, конкретные примеры осуществления изобретений и данные, показывающие свойства полисиликатного связующего по изобретению, клеевой композиции с его использованием.

Основные технологические операции получения полисиликатного связующего и клеевых композиций на его основе следующие:

В стальной или пластиковый смеситель с водным раствором силиката натрия или калия или их смеси вводят порциями безводный или одноводный (с коэффициентом увеличения массы 1,75) гидрооксид лития, перемешивают до полного его растворения после чего порциями вводят при скорости вращения лопастей ≈ 300 об/мин аморфный диоксид кремния удельной поверхностью $175-380 \text{ м}^2/\text{г}$, причем масса вводимого диоксида кремния обратно пропорциональна его удельной поверхности. После перемешивания в течение 30 минут получают полисиликатное связующее – продукт взаимодействия указанных компонентов.

Если полисиликатное связующее содержит дополнительный модификатор кремнийорганическое соединение, то его загружают одновременно с указанным диоксидом кремния и в смеси с другими ранее введенными компонентами перемешивают 30 минут. Полисиликатное связующее разливают и хранят в пластиковых герметичных упаковках.

Для приготовления клеевых композиций на основе полученного полисиликатного связующего берут заданное количество полисиликатного связующего и при перемешивании дозируют порциями неорганические наполнители и пигменты. Перемешивание ведут до получения однородного (без комков) продукта.

Соответствующую клеевую композицию разливают и хранят в герметичных пластиковых упаковках.

Лучшие варианты осуществления изобретения

Пример 1. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг полисиликатного связующего при комнатной температуре загружают 968 г водного раствора силиката калия плотностью $1,30 \text{ г/см}^3$ и силикатным модулем 3,7 (что составляет 96,8 мас.%). При вращающихся лопастях около 100 об/мин. в смеситель вводят 30 г (3%) безводного гидрооксида лития порциями по 5 г. Перемешивание ведут ≈ 1 час до его полного растворения, после чего вводят 2 г (0,2 %) аморфного оксида кремния удельной поверхностью $380 \text{ м}^2/\text{г}$ порциями по 0,5 г, при этом скорость вращения лопастей увеличивают до 300 об/мин. После перемешивания в течение 30 минут получают полисиликатное связующее – продукт взаимодействия указанных в примере компонентов, который представляет собой однородную вязко-текучую массу.

Пример 2. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг полисиликатного связующего при комнатной температуре загружают 975 г (97,5 %) водного раствора силиката натрия плотностью $1,46 \text{ г/см}^3$ и мольным силикатным модулем 2,6. При вращающихся лопастях ≈ 100 об/мин. в смеситель вводят порциями 8,75 г (0,875 %) одноводного гидрооксида лития, что в пересчете на безводный гидрооксид лития составляет 5 г (0,5 %). Перемешивание ведут ≈ 1 часа до его полного растворения, после чего порциями по 4 г вводят 20 г (2,0 %) аморфного диоксида кремния удельной поверхностью $175 \text{ м}^2/\text{г}$, при этом скорость вращения лопастей увеличивают до 300 об/мин. После перемешивания в течение 30 минут получают полисиликатное связующее – продукт взаимодействия указанных в примере компонентов, который представляет собой однородную вязко-текучую массу.

Пример 3. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг полисиликатного связующего при комнатной температуре загружают 726 г (72,6%) водного раствора силиката калия плотностью $1,30 \text{ г/см}^3$ и мольным силикатным модулем 3,7 и 242 г (24,2%) водного раствора силиката натрия плотностью $1,46 \text{ г/см}^3$ и мольным силикатным модулем 2,6. Таким образом, соотношение водных растворов калиевого и натриевого силикатов составляет 3:1 (75:25). При вращающихся лопастях ≈ 100 об/мин. в смеситель вводят 12 г (1,2%) безводного гидрооксида лития порциями по 5 г. Перемешивание ведут ≈ 1 часа до его полного растворения, после чего вводят 20 г (2%) аморфного диоксида кремния и при 300 об/мин. перемешивают 30 минут. В

результате получают полисиликатное связующее – продукт взаимодействия указанных в примере компонентов, который представляет собой однородную вязко-текучую массу.

Пример 4. В лопастной смеситель при комнатной температуре загружают 968г (96,8%) водного раствора силиката калия плотностью 1,30 г/см³ с силикатным модулем 3,7 при вращающихся лопастях (100 об/мин) вводят 20 г (2%) безводного гидроксида лития порциями по 5 г. Перемешивание ведут приблизительно 1 час до его полного растворения, после чего вводя 2 г (0,2%) аморфного диоксида кремния удельной поверхностью 380 м²/г порциями по 0,5 г. Одновременно с загрузкой аморфного диоксида кремния вводят порциями по 2,5 г 10 г (1%) кремнийорганического соединения – гидрофобизирующей жидкости марки «Аквасил» (ТУ-6-02-1-824-97). В результате получают полисиликатное связующее – продукт взаимодействия указанных в примере компонентов, который представляет собой однородную вязко-текучую массу.

Аналогично технологии получения полисиликатных связующих, описанных в примерах 1-4, были получены полисиликатные связующие по примерам 5-7, соответствующие заявляемому диапазону концентраций компонентов и их соотношению, при выборе которых руководствовались принципами технологичности и целевой применимости. Соответствующие составы полисиликатного связующего и их свойства приведены в таблице 1.

Водостойкость клеевого шва определяли по растворимости полисиликатного связующего, которым склеивали образцы мрамора. Растворимость в свою очередь оценивали по убыли массы, которую фиксировали до и после нахождения образцов в проточной холодной воде в течение 5 часов и последующей сушки до постоянного веса.

Горючесть и коэффициент горючести оценивали по ГОСТ 12.1.044 и 4.2.1., 4.3 Для этого предварительно готовили деревянные образцы путем пропитки в соответствующем полисиликатном связующем в течение 1 часа и последующей сушки при 50°C в течение 8 часов. Прочность клеевого шва оценивали по ГОСТ 24064-80 путем нормального разрыва склеенных образцов на разрывной машине типа «Инстрон» при скорости движения захватов 100 мм/мин.

Пример 8. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг клеевой композиции загружают 400 г (40,0 %) полисиликатного связующего, полученного по примеру 1. При вращающихся лопастях (\approx 100 об/мин) порциями по 100 г загружают минеральные наполнители: 200 г талька марки МТ ГШМ по ГОСТ 19284-79 и 400 г (40%) кварцевой муки по ТУ 5717-001-16767071-95. Указанные компоненты перемешивают в течение 1 часа до получения однородной массы серого цвета.

В условиях примера 8 возможно соотношения компонентов в следующих мас. %:

Тальк	- 18-22
Мука кварцевая	- 38-42
Полисиликатное связующее по примеру 1	- остальное

Пример 11. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг клеевой композиции загружают 400 г (40%) полисиликатного связующего, полученного по примеру 2. При вращающихся лопастях (≈ 100 об/мин) порциями загружают минеральные наполнители: 200 г (20%) каолина марки КС и 400 г (40%) кварцевой муки по ТУ-5717-001-16767071-95. Указанные компоненты перемешивают в течение 1 часа до получения однородной массы серого цвета.

В условиях примера 9 возможно варьирование соотношения компонентов в следующих мас. %:

каолин	- 18-22
Мука кварцевая	- 38-42
Полисиликатное связующее по примеру 2	- остальное

Следует отметить, что в технологических условиях режимов примеров 8 и 9 можно использовать полисиликатные связующие, соответствующие примерам 3 и 4. При этом реализуются соответственно клеевые композиции, соответствующие номерам 10 и 11 таблицы 2.

Пример 12. В лопастной смеситель для приготовления 1 кг клеевой композиции загружают при комнатной температуре 420 г (42%) полисиликатного связующего, полученного по примеру 1. При вращающихся лопастях (≈ 100 об/мин) порциями загружают минеральные наполнители: 420 г (42%) воллостонита с размерами частиц 150 мкм и менее при соотношении длины и диаметра равным 5 – 3 : 1, 120 г (12%) талька марки МТ ГШМ по ГОСТ 19284-79 и 40 г (4%) неорганического рутилового пигмента – диоксида титана. Указанные компоненты перемешивают в течение 1 часа до получения однородной массы белого цвета.

В условиях примера 12 возможно варьирование соотношения компонентов в следующих мас. %:

воллостонит	- 38-45
тальк	- 8-12
неорганический пигмент, TiO_2	- 3-5
Полисиликатное связующее по примеру 1	- остальное

Следует отметить, что в технологических условиях режимов примеров 12 можно использовать полисиликатные связующие, соответствующие примерам 2, 3 и 4. При этом соответственно реализуются клеевые композиции, соответствующие номерам 13, 14, 15 таблицы 2.

Пример 17. Изготовление полисиликатных красок

В лопастной смеситель при комнатной температуре для изготовления 1 кг полисиликатной фасадной краски загружают 250 г (25%) полисиликатного связующего по примеру 1. При вращающихся лопастях (≈ 100 об/мин) порциями загружают 650 г (65%) окиси цинка и 100 г (10%) ^{диэтиленгликоля} диэтиленгликоля. Указанные компоненты перемешивают в течение 1 часа до получения однородной массы белого цвета. Полученную полисиликатную краску можно использовать для покраски оштукатуренных фасадов зданий.

Пример 19. В полисиликатную краску, изготовленную по рецептуре и режимам примера 18, вводят при перемешивании дополнительно 10 г (1%) пентахлорфенолята натрия. Полученная полисиликатная краска приобретает антибактерицидные свойства для защиты деревянных, бетонных изделий от плесени и иных бактерий.

Составы клеевых композиций на основе полисиликатных связующих и их свойства приведены в таблице 2.

При применении клеевой композиции ее тонким слоем (1-3 мм) наносят на бетонную, оштукатуренную или иную поверхность, после чего легким нажатием руки к ней приклеивают, например, облицовочную плитку.

Прочность клеевого соединения оценивали по ГОСТ 24064-80 путем нормального разрыва склеенных образцов на разрывной машине типа «Инстрон» при скорости движения захватов 100 мм/мин. Крепление образцов к захватам осуществляли за счет приклеивания эпоксидной смолы с отвердителем (полиэтиленполиамином). Водостойкость клеевого шва определяли по методике, описанной в примерах 1-7.

Таблица 2

Составы клеевых композиций на основе полисиликатных связующих
и их свойства

№ примера	Исходные компоненты, мас. %								
	Тальк	Кварцевая мука	Каолин	Диоксид титана	Волласто- нит	Полисиликатное связующее по примеру			
						1	2	3	4
8	20	40	-	-	-	40	-	-	-
9	-	40	20	-	-	-	40	-	-
10	18	42	-	-	-	-	-	40	-
11	-	42	18	-	-	-	-	-	40
12	12	-	-	4	44	40	-	-	-
13	10	-	-	5	45	-	40	-	-
14	8	-	-	5	38			49	
15	12	-	-	3	45				40
№ примера	Свойства								
	Водостойкость клеевого шва при проточной воде, 5 час, мас. %				Прочность клеевого соединения, МПа				
					Бетон/ керамика	Бетон/ гипсоволокно	Керамика/ керамика		
8	0,10				1,87	1,1	2,1		
9	2,8				5,0	Разрушение по гипсоволок.	3,7		
10	0,15				3,5	1,6	2,8		
11	0,05				2,1	1,8	3,1		
12	0,12				1,95	2,0	2,6		
13	2,6				4,8	Разрушение по гипсоволок.	3,9		
14	0,14				3,6	1,76	2,5		
15	0,06				2,0	Разрушение по гипсоволок.	2,3		

Формула изобретения

1. Способ получения полисиликатного связующего путем совмещения при перемешивании водного раствора силиката натрия и/или калия с силикатным модулем 2,6-3,7 и плотностью 1,30-1,46 г/см³ с 0,5-3,0 мас. % гидрооксида лития и последующего введения в продукт взаимодействия при увеличении степени перемешивания аморфного диоксида кремния с удельной поверхностью 175-380 м²/г, взятых в количестве 0,2-2,0 мас. % в расчете на связующее.

2. Способ получения полисиликатного связующего по п.1, отличающийся тем, что на стадии введения аморфного диоксида кремния одновременно с ним вводят кремнийорганическое соединение.

3. Полисиликатное связующее для клеев и покрытий, полученное способом по одному из п.п.1-2.

4. Клеевая композиция для клеев и покрытий, включающая силикатное связующее и неорганический наполнитель, отличающаяся тем, что она содержит в качестве силикатного связующего полисиликатное связующее, полученное по одному из п.п.1-2 при следующем соотношении компонентов в мас. %:

- | | |
|--|---------|
| - вышеуказанное полисиликатное связующее | - 25-49 |
| - неорганический наполнитель | - 51-75 |

Реферат

на изобретение «Способ получения полисиликатного связующего
для клеев и покрытий, полисиликатное связующее, клеевая композиция
для клеев и покрытий на его основе»

Изобретение относится к области химической промышленности, а именно к получению полисиликатного связующего и клеевых композиций для клеев и защитно-декоративных покрытий на его основе и может быть использовано в промышленности и быту (приклеивание плитки керамической или из природного камня или иных облицовочных материалов к бетонным, оштукатуренным поверхностям стен, потолков, пола) для наружной и внутренней отделки жилья, общественных зданий и защиты от коррозии различных поверхностей.

Полисиликатное связующее готовят путем получения продукта взаимодействия водного раствора силиката натрия и/или калия с заданным модулем и плотностью, гидрооксида лития и последующего введения в него аморфного диоксида кремния с удельной поверхностью 175-380 м²/г.

Клеевая композиция для клеев и покрытий включает вышеуказанное полисиликатное связующее 25-49 мас.% и неорганический наполнитель 51-75 мас.%.

Клеевая композиция для клеев и покрытий имеет повышенную прочность клеевого соединения, в том числе и при длительном воздействии воды, повышенную жизнеспособность и стабильность при хранении, экологическую чистоту, повышенную термостойкость и огнестойкость.

3 н.з.п.ф-лы, 2 табл.